

薄层扫描法测定桂芪颗粒剂中黄芪甲苷的含量

★ 苟小军 车庆珍 (江苏省徐州医药高等专科学校制药系 徐州 221116)

关键词:薄层扫描法;黄芪甲苷;桂芪颗粒剂

中图分类号:R 284.1 文献标识码:A

桂芪颗粒剂由黄芪、桂枝、桃仁等16味中药材经适当的提取加工工艺制成的颗粒剂。长期临床验证表明,具有益气、散寒止痛的功能,用于慢性萎缩性胃炎的治疗。本文采用薄层扫描法对该制剂中的主要药物黄芪进行了含量测定,为更好地控制本品的内在质量提供了科学依据。

1 仪器与试剂

日本岛津CS-930型薄层扫描仪,CNNA铺板器,硅胶CF₂₅₄(青岛海洋化工厂);黄芪甲苷对照品(中国药品生物制品检定所提供);桂芪颗粒剂(徐州恩华药业中药厂);所用试剂均为分析纯。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的制备 取黄芪甲苷对照品加甲醇溶解,制成每1 mL含1.043 mg的溶液,作为对照品溶液。

2.2 供试品溶液的制备 取本品粉末适量,研匀,取5 g,精密称定,加甲醇适量,置水浴上加热回流2小时,滤过,用甲醇洗涤药渣3次,每次15 mL,滤过,合并滤液,蒸干,残渣用适量的水溶解并转移至分液漏斗中,用水饱和的正丁醇振摇提取3次,每次30 mL,合并提取液,用5%氢氧化钠溶液洗涤2次,每次20 mL,再用正丁醇饱和的水洗涤3次,每次30 mL,弃去水洗液,正丁醇液蒸干,残渣用甲醇溶解并转移至2 mL量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

2.3 阴性对照溶液的制备 按桂芪颗粒剂的处方比例及工艺,制备不含黄芪的阴性对照样品,同供试品溶液制备方法制成阴性对照溶液。

2.4 薄层色谱条件 照薄层色谱法《中国药典》2000年版一部^[1]附录VIB试验,精密吸取供试品溶液6 μ L,对照品溶液1 μ L与3 μ L,交叉点于同一以羧甲基纤维素钠为粘合剂的硅胶G薄层板上,以氯仿-甲醇-浓氨溶液(65:35:14)的下层溶液为展开剂,展开,取出晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热约5分钟,供试品色谱中,在与对照品色谱相应位置上,显相同的棕褐色斑点。

2.5 薄层扫描条件 采用双波长反射法线性扫描, $\lambda_s=530$ nm, $\lambda_r=700$ nm。

2.6 标准曲线的绘制 精密吸取对照品溶液1、2、3、4、5 μ L,点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-甲醇-浓氨溶液(65:35:14)的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热约5分钟,至斑点显色清晰,放冷,在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板,周围用胶布固定。

以 $\lambda_s=530$ nm, $\lambda_r=700$ nm为扫描波长进行扫描,以黄芪甲苷点样量为横坐标,以峰面积为纵坐标,得标准曲线,回归方程为 $Y=594.661X+418\ 0298$, $r=0.998\ 7$ 。表明黄芪甲苷在1.043~5.215 μ g之间,峰面积与点样量呈良好的线性关系。

2.7 稳定性试验 选取标准曲线测定项下的3斑点,每隔30分钟扫描,测定其吸收度积分值,结果在2小时内稳定, $RSD=2.13\%$ ($n=5$)。

2.8 精密度试验 同板精密度:取同一供试品溶液,在同一硅G薄层板上,点5个斑点,依法展开显色后,扫描测定,结果吸收度积分值 $RSD=1.45\%$ ($n=5$)。

异板精密度:对同一供试品溶液,点于5块薄层板上,测定其中黄芪甲苷含量,结果吸收度积分值 $RSD=1.68\%$ ($n=5$)。

2.9 重现性试验 取同一批号桂芪颗粒剂,分别制备5份供试品溶液,依法测定黄芪甲苷含量,结果 $RSD=2.43\%$ ($n=5$)。

2.10 回收率试验 精密称取已知含量的桂芪颗粒剂,加入黄芪甲苷对照品,依法制备加样回收率供试品溶液,依法测定,计算回收率,结果平均回收率98.64%, $RSD\%=1.98\%$ ($n=6$)。

2.11 样品测定 按上述方法对3批样品进行测定,测定结果见表1。

表1 3批样品测定结果

批号	平均含量/mg·袋 ⁻¹
041105	0.72
041108	0.68
041110	0.66

根据以上实测结果,暂定本品每袋含黄芪甲苷以黄芪甲苷计不得低于0.62 mg/袋。

3 小结

利用本实验方法测定本品中黄芪甲苷含量,与《中国药典》^[1]黄芪项下含量测定比较,缺少D₁₀₁树脂处理,且所选方法简单、快速、重现好,可有效地控制本品的质量。

参考文献

[1]中华人民共和国药典委员会,中国药典(一部)[M].北京:化学工业出版社,2000.249

(收稿日期:2005-06-21)